

ANTIREFLECTION ARTICLE AND ITS PRODUCTION

Numéro du brevet: JP63021601
Date de publication: 1988-01-29
Inventeur: SEKI TETSUYA; others: 01
Demandeur TORAY IND INC
Classification:
- internationale. G02B1/10; C08J7/04; G02B1/04
- européenne
Numéro de demande JP19860165531 19860716
Numéro(s) de priorité:

Abrégé pour JP63021601

PURPOSE: To improve the antireflection property and surface hardness and to accelerate dyeing by forming a thin film of F-contg. polysiloxane having a specified thickness and a specified refractive index on a plastic base material having a prescribed refractive index.

CONSTITUTION: A transparent base material of plastics such as acrylic resin having ≥ 1.52 refractive index is prepd. and a thin film of F-contg. polysiloxane having 10-500nm thickness and a refractive index lower than that of the base material by ≥ 0.02 is formed on the surface of the base material. The polysiloxane film is preferably made of a polymer of a compound represented by a formula $(R<1>Q)SiXaY3-a$ and/or a hydrolyzate thereof. In the formula, $R<1>$ is 1-20C fluoroalkyl which may have one or more ether or ester bonds, Q is a bivalent org. group, X is lower alkyl, Y is halogen, alkoxy or $RCOO<->$ (R is H or lower alkyl) and $a=0$ or 1.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-21601

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)1月29日

G 02 B 1/10
C 08 J 7/04
G 02 B 1/04

A-8106-2H
M-7446-4F
7915-2H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全9頁)

⑭ 発明の名称 反射防止性物品およびその製造方法

⑮ 特 願 昭61-165531

⑯ 出 願 昭61(1986)7月16日

⑰ 発 明 者 関 哲 也 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業
場内

⑰ 発 明 者 谷 口 孝 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業
場内

⑰ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番地

明 細 書

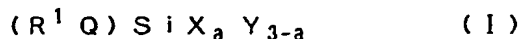
1. 発明の名称

反射防止性物品およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 屈折率が1.52以上のプラスチック製透明基材の表面に膜厚が10~500nm、屈折率が透明基材より少なくとも0.02以上低いフッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜を有することを特徴とする反射防止性物品。

(2) フッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜が下記一般式(I)で表わされるフッ素含有有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物の重合体であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の反射防止性物品。



(ここで、R¹は炭素数1~20個のフッ素含有アルキル基であってエーテル結合あるいはエステル結合を1個以上含んでいてもよい。Qは二価の有機基、Xは低級アルキル基、Yはハロゲン、アルコキシ基、又はRCOO⁻基(ただし、Rは

水素原子又は低級アルキル基)、aは0または1の整数を示す。)

(3) フッ素含有有機ポリシロキサンが20重量%以上含まれることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の反射防止性物品。

(4) プラスチック製透明基材が屈折率1.52以上の透明被膜で被覆されていることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の反射防止性物品。

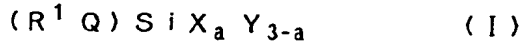
(5) 透明被膜が無機酸化微粒子を含むことを特徴とする特許請求の範囲第(4)項記載の反射防止性物品。

(6) 無機酸化微粒子がアンチモン、チタン、ジルコニウム、タンタルから選ばれる1種以上の金属を含む酸化物であることを特徴とする特許請求の範囲第(5)項記載の反射防止性物品。

(7) 屈折率が1.52以上のプラスチック製透明基材の表面にフッ素含有有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物を含む液状コーティング組成物を塗布し、さらに加熱によって屈折率が透明基材よりも少なくとも0.02以上低い硬化

被膜を形成せしめることを特徴とする反射防止性物品の製造方法。

(b) 硬化被膜が下記一般式(I)で表わされるフッ素含有有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物から得られるものであることを特徴とする特許請求の範囲第(7)項記載の反射防止性物品の製造方法。



(ここで、 R^1 は炭素数1~20個のフッ素含有アルキル基であってエーテル結合あるいはエステル結合を1個以上含んでいてもよい。 Q は二価の有機基、 X は低級アルキル基、 Y はハロゲン、アルコキシ基、又は $RCOO^-$ 基(ただし、 R は水系原子又は低級アルキル基)、 a は0または1の整数を示す。)

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、耐摩耗性、可染性、耐衝撃性、耐薬品性、可焼性、耐候性などに優れた反射防止性を有する光学物品に関するものであり、とくに光学

用素子、たとえば眼鏡用レンズ、カメラ用レンズなどの光学用レンズなど、プラスチック製反射防止性物品およびその製造方法に関するものである。

[従来の技術]

透明材料を通して物を見る場合、反射光が強く反射像が明瞭であることは煩わしく、例えば、眼鏡用レンズではゴースト、フレアなどと呼ばれる反射像を生じて眼に不快感を与えたりする。また、ルッキンググラスなどではガラス面上の反射した光のために内容物が判然としない問題が生ずる。

従来より反射防止に関しては、すでに多くの提案がなされ、また実用化されている。特に液状組成物を透明基材に塗布し単層膜で反射防止効果を得ているものとして、特開昭58-167448号公報、特開昭58-211701号公報、および特開昭58-43601号公報、特開昭59-49501号公報がある。

[発明が解決しようとする問題点]

特開昭58-16744号公報および特開昭58-211701号公報は、基材がガラスである

ため染色出来ないものであった。また反射防止物品の軽量化、可焼性、易加工性などの要求を満足するためには、プラスチック製基材の導入が必要である。

一方、プラスチック製基材へ適用した例として特開昭58-43601号公報、特開昭59-49501号公報などがあるが、いずれも2層以上の複層膜からなっており、生産性、再現性、面内均一性などに問題があった。

[問題点を解決するための手段]

本発明者らは、上記の問題点を解決するために鋭意検討した結果、以下に述べる本発明に到達した。

すなわち本発明の第1の発明は、次の構成からなる。

屈折率が1.52以上のプラスチック製透明基材の表面に膜厚が10~500nm、屈折率が透明基材より少なくとも0.02以上低いフッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜を有することを特徴とする反射防止物品に関するものである。

さらに第2の発明は、透明基材の表面にフッ素含有有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物を含む液状コーティング組成物を塗布し、さらに加熱によって硬化被膜を形成せしめることを特徴とする反射防止性物品の製造方法に関するものである。

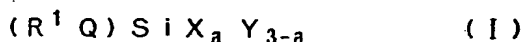
本発明における透明基材としては、各種プラスチック、例えばアクリル樹脂、ポリスチレン、ポリカーボネート、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートポリマ、(ハロゲン化)ビスフェノールAのジ(メタ)メタアクリレートポリマおよびその共重合体、(ハロゲン化)ビスフェノールAのウレタン変性(メタ)アクリレートポリマ、およびその共重合体などが好ましく使用される。

さらに本発明に使用される透明基材は、屈折率が1.52以上であることが必要であり、これ以下では実質的に反射防止効果の発現を期待することができない。反射防止性をより一段と高めるためには、1.54以上の屈折率を有するものがさらに好ましく使用される。

また屈折率が1.52より低い透明基材、あるいは比較的屈折率が低い透明基材の場合には、あらかじめ該基材上に屈折率の高い被覆材を中間高屈折率層として適用したのものを透明基材として用いることもできる。

本発明の反射防止性とは、ゴーストおよびフレアーの除去という観点からは反射防止効果を必要とする面における反射率が2%以下、たとえば眼鏡レンズなどのような両面の反射防止が必要な場合には両面における反射率の合計が4%以下のものを示し、全光線透過率で表わせば96%以上のものを言う。

本発明におけるフッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜とは、下記一般式(I)で表わされるフッ素含有有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物を被覆、硬化させて得られる透明膜である。



(ここで、 R^1 は炭素数1~20個のフッ素含有アルキル基であってエーテル結合あるいはエステル結合を1個以上含んでいてもよい。 Q は二価

の有機基、 X は低級アルキル基、 Y はハロゲン、アルコキシ基、又は $RCOO^-$ 基(ただし、 R は水素原子又は低級アルキル基)、 a は0または1の整数を示す。)

これらのフッ素含有有機化合物の具体的代表例としては、3,3,3-トリフロロプロピルトリアルコキシシラン、3,3,3-トリフロロプロピルメチルジアルコキシシラン、3-トリフロロアセトキシプロピルトリアルコキシシランなどがその例である。

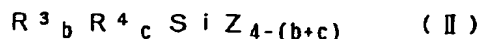
これらのフッ素化含有有機ポリシロキサン系薄膜において、前記一般式(I)に由来する成分は20重量%以上含まれることが低屈折率化に必要である。さらに基材が比較的屈折率が低い場合には、25重量%以上含まれることが好ましい。

また薄膜の膜厚は10~500nm、好ましくは50~300nmが適当であり、これより薄くしては反射防止効果、さらには表面硬度が十分に得られない。またこれ以上では反射防止性の効果を上げることが出来ない。

また上記フッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜

の耐摩耗性、耐すり傷性、耐衝撃性、耐薬品性、可燃性、耐光性、耐候性などを向上させる目的でフッ素含有有機化合物に1種または2種以上の有機ケイ素化合物を添加することも可能である。

代表的な有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物を式(II)に示す。



(ここで、 R^3 、 R^4 は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基、 Z は加水分解性基であり、 b および c は0または1である。)

これらの有機ケイ素化合物の具体的な代表例としては、メチルシリケート、エチルシリケート、*n*-プロピルシリケート、*i*-プロピルシリケート、*n*-ブチルシリケート、*sec*-ブチルシリケートおよび*t*-ブチルシリケートなどのテトラアルコキシシラン類、およびその加水分解物さらにはメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、

メチルトリメトキシエトキシシラン、メチルトリアセトキシシラン、メチルトリアプロポキシシラン、メチルトリアブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、ビニルトリメトキシエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、フェニルトリアセトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリエトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリアセトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリエトキシシラン、 N - β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 β -シアノエチルトリエトキシシラン、メチルトリフェノキシシラン、クロロメチルトリメトキシシラン、クロロメチルトリエトキシシラン、

グリシドキシメチルトリメトキシシラン、グリシドキシメチルトリエトキシシラン、 α -グリシドキシエチルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシエチルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシエチルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシエチルトリエトキシシラン、 α -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリプロボキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリプロトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリメトキシエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリフェノキシシラン、 α -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシ

プロビルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、 δ -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、 δ -グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、(3,4-エポキシシクロヘキシル)メチルトリメトキシシラン、(3,4-エポキシシクロヘキシル)メチルトリエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリプロボキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリプロトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリフェノキシシラン、 γ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロビルトリメトキシシラン、 γ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロビルトリエトキシシラン、 δ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロビルトリメトキシシラン、 δ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロビルトリエトキシシランなど

のトリアルコキシシラン、トリアシルオキシシランまたはトリフェノキシシラン類またはその加水分解物およびジメチルジメトキシシラン、フェニルメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルメチルジエトキシシラン、 γ -クロロプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -クロロプロビルメチルジエトキシシラン、ジメチルジアセトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロビルメチルジエトキシシラン、 γ -メルカプトプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロビルメチルジエトキシシラン、 γ -アミノプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -アミノプロビルメチルジエトキシシラン、メチルビニルジメトキシシラン、メチルビニルジエトキシシラン、グリシドキシメチルメチルジメトキシシラン、グリシドキシメチルメチルジエトキシシラン、 α -グリシドキシエチルメチルジメトキシシラン、 α -グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン、 β -グリシドキシエチルメチルジメトキ

シシラン、 β -グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン、 α -グリシドキシプロビルメチルジメトキシシラン、 α -グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルメチルジメトキシシラン、 β -グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジプロボキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジプロトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジメトキシエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジフェノキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルメチルジアセトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルエチルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルエチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルビニルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルビニルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルフェニルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロビルフェニルジエトキシシ

ランなどジアルコキシシラン、ジフェノキシシランまたはジアシルオキシシラン類またはその加水分解物がその例である。

とくに染色性付与の目的にはエポキシ基、グリシドキシ基を含む有機ケイ素化合物の使用が好適である。

前記のフッ素含有有機ケイ素化合物、あるいはこれらの有機ケイ素化合物との混合物はキュア温度を下げ、硬化をより進行させるためには加水分解して使用することが好ましい。

加水分解は純水または塩酸、酢酸、あるいは硫酸などの酸性水溶液を添加、攪拌することによって製造される。さらに純水、あるいは酸性水溶液の添加量を調節することによって加水分解の度合をコントロールすることも容易に可能である。加水分解に際しては、一般式(Ⅰ)の-Y基と等モル以上、3倍モル以下の純水または酸性水溶液の添加が硬化促進の点で特に好ましい。

加水分解に際しては、アルコール等が生成してくるので、無溶媒で加水分解することが可能であ

るが、加水分解をさらに均一に行なう目的で有機ケイ素化合物と溶媒を混合した後、加水分解を行なうことも可能である。また目的に応じて加水分解後のアルコール等を加熱および/または減圧下に適当量除去して使用することも可能であるし、その後適当な溶媒を添加することも可能である。

これらの溶媒としてはアルコール、エステル、エーテル、ケトン、ハロゲン化炭化水素あるいはトルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素などの溶媒が挙げられる。またこれらの溶媒は必要に応じて2種以上の混合溶媒として使用することも可能である。また、目的に応じて加水分解反応を促進し、さらに予備縮合等の反応を進めるために室温以上に加熱することも可能であるし、予備縮合を抑えるために加水分解温度を室温以下に下げ行なうことも可能であることは言うまでもない。

プラスチック製透明基材への塗布にあたっては、清浄化、接着性向上、耐水性向上などを目的として基材に各種の前処理を施すことが可能である。とくに本発明に有効な手段としては活性化ガス処

理、薬品処理などが挙げられる。

かかる活性化ガス処理とは、常圧もしくは減圧下において生成するイオン、電子あるいは励起された気体である。これらの活性化ガスを生成する方法としては、例えばコロナ放電、減圧下での直流、低周波、高周波あるいはマイクロ波による高電圧放電などによるものである。特に減圧下での高周波放電によって得られる低温プラズマによる処理が好適である。

ここで使用されるガスは特に限定されるものではないが、具体例としては酸素、窒素、水素、炭酸ガス、二酸化硫黄、ヘリウム、ネオン、アルゴン、フロン、水蒸気、アンモニア、一酸化炭素、塩素、一酸化窒素、二酸化窒素などが挙げられる。

これらは一種のみならず、二種以上混合しても使用可能である。前記の中で好ましいガスとしては、酸素を含んだものが挙げられ、空気などの自然界に存在するものであってもよい。さらに好ましくは、純粋な酸素ガスが接着性向上に有効である。さらには同様の目的で前記処理に際しては被

処理基材の温度を上げることも可能である。

一方、薬品処理の具体例としては苛性ソーダなどのアルカリ処理、塩酸、硫酸、過マンガン酸カリウム、重クロム酸カリウムなどの酸処理、芳香環を有する有機溶剤処理などが挙げられる。

以上の前処理は連続的、または段階的に併用して実施することも十分可能である。

本発明のコーティング組成物の硬化にあたっては、硬化促進、低温硬化などを可能とする目的で各種の硬化剤が併用可能である。硬化剤としては各種エポキシ樹脂硬化剤、あるいは各種有機ケイ素樹脂硬化剤などが使用される。

これらの硬化剤の具体的な例としては、各種の有機酸およびそれらの酸無水物、窒素含有有機化合物、各種金属錯化合物あるいは金属アルコキシド、さらにはアルカリ金属の有機カルボン酸塩、炭酸塩などの各種塩が挙げられる。これらの硬化剤は2種以上混合して使用することも可能である。これら硬化剤の中でも本発明の目的には、塗料の安定性、コーティング後の被膜の着色の有無など

の点から、特に下記に示すアルミニウムキレート化合物が有用である。

ここでいうアルミニウムキレート化合物とは、例えば一般式 $A | X_n Y_{3-n}$ で示されるアルミニウムキレート化合物である。

ただし式中、XはOL(Lは低級アルキル基)であり、Yは一般式 $M^1 COCH_2 COM^2$ (M^1 、 M^2 はいずれも低級アルキル基)で示される化合物に由来する配位子および一般式 $M^3 COCH_2 COOM^4$ (M^3 、 M^4 はいずれも低級アルキル基)で示される化合物に由来する配位子から選ばれる少なくとも1つであり、nは0、1または2である。

本発明の硬化剤として特に有用な一般式 $A | X_n Y_{3-n}$ で示されるアルミニウムキレート化合物としては、各種の化合物をあげ得るが、組成物への溶解性、安定性、硬化触媒としての硬化などの観点から特に好ましいのは、アルミニウムアセチルアセトネート、アルミニウムビスエチルアセトアセテートモノアセチルアセトネート、ア

ルミニウムジ-n-ブトキシドモノエチルアセトアセテート、アルミニウムジ-isoproポキシドモノメチルアセトアセテートなどである。これらは2種以上を混合して使用することも可能である。

本発明のコーティング用組成物には、塗布時におけるフローを向上させ、塗膜の平滑性を向上させて塗膜表面の摩擦係数を低下させる目的で各種の界面活性剤を使用することも可能であり、とくにジメチルシロキサンとアルキレンオキシドとのブロックまたはグラフト重合体、さらにはフッ素系界面活性剤などが有効である。また染料料や充填材を分散させたり、有機ポリマーを溶解させて、塗膜を着色させたり、塗布性、基材との密着性、物性向上などコーティング剤としての実用性を改善させることも容易に可能である。

さらには耐候性を向上させる目的で紫外線吸収剤、また耐熱劣化向上法として酸化防止剤を添加することも容易に可能である。

さらには表面硬度をより一層向上させ、また帯

電防止性の向上などの目的で高分子量無水ケイ酸の水および/またはアルコールなどの有機溶媒中にコロイド状分散体であるシリカゾルが好ましく使用される。また染色性向上を目的として各種エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ナイロン樹脂などが好ましく使用される。

被膜の塗布にあたって作業性、被膜厚さ調節などから各種溶剤により、コーティング組成物を希釈して用いられるが、希釈溶剤としては、水、アルコール、エステル、エーテル、ケトン、ハロゲン化炭化水素などが挙げられる。

透明基材の屈折率は1.52位以上であることが必要である。すなわち、これより低い場合には充分な本発明が目的とする反射防止効果が得られない。かかる屈折率の低い透明基材に本発明を適用する際には、比較的屈折率の高い透明被膜を透明基材上に設けて本発明でいうところの透明基材とすることができる。

このような比較的屈折率の高い透明被膜としては屈折率が1.52以上の透明膜であれば、何ら

限定されるものではないが、表面硬度やフッ素含有有機ポリシロキサン系薄膜との接着性向上、さらには容易に高い屈折率を付与できるとの観点から屈折率の高い無機酸化物微粒子を被膜中に含有せしめてなるものが好ましく適用される。

かかる無機酸化物微粒子としては、透明性を低下させないという意味から平均粒子径が約1~300nm、さらに好ましくは約5~200nmのものが使用される。

粒子径のあまり小さいものは作成が困難であり、コストが高くて実用的でなく、また余り大きなものは一般に透明感が低下するので上記範囲内のものが主として用いられる。

これらの無機酸化物微粒子としては、酸化タンタル、酸化アルミニウム、酸化チタニウム、酸化ジルコニウム、酸化スズ、酸化アンチモンの微粒子状物から選ばれる1種以上が好ましく用いられる。すなわち、これらを含む被膜は高い屈折率を与えるという他に特に透明性と表面硬度に優れているからである。中でも酸化タンタル、酸化ジルコニ

ウム、酸化チタニウム、酸化アンチモンが安定性などの点で好ましい。

またこれらの無機酸化物微粒子は単独のみならず、2種以上の併用も可能である。さらには前記の酸化物にはケイ素などを含む混合酸化物であってもよい。

本発明によって得られる反射防止物品は、耐久性のある高硬度表面を有し、染色性を有することからサングラス、矯正用レンズはもとより、カメラ、双眼鏡等のレンズなどに好ましく使用できる。本発明の特徴を明瞭にするために次に実施例を挙げるが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

〔実施例〕

実施例 1

(1) プラスチック基材の調製

テトラブロムビスフェノールAのエチレンオキサイド2モル付加体に1モルのアクリル酸をエステル化により結合させた水酸基含有化合物1モルに対し、ヘキサメチレンジイソシアネートを0.

物とした。

(3) 反射防止性物品の作成

前記(1)によって得られたプラスチック基材に、前記(2)で調製したコーティング組成物を下記条件でスピンコーティングした。コーティング後は、82℃/12分の予備硬化を行ない、さらに93℃/4時間加熱キュアして反射防止硬化物品を得た。

スピンコート条件

回転数：3500rpm

回転時間：30秒

得られた反射防止物品の全光線透過率は96.1%であった。

実施例 2、比較例 1

(1) コーティング組成物の調製

(a) γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン加水分解物の調製

回転子を備えた反応器中にγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン95.3gを仕込み、液温を10℃に保ち、マグネチックスターラーで

9モル付加させた多官能アクリレートモノマーを含むモノマ70部とスチレン30部をイソプロピルパーオキシドを重合開始剤としてキャスト重合した基材を得た。得られた樹脂の屈折率は1.61であった。

(2) コーティング組成物の調製

(a) 加水分解物の調製

回転子を備えた反応器中にメチルトリメトキシシラン4.9g、3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシラン3.5gを仕込み、液温を10℃に保ち、マグネチックスターラーで攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液2.8gを徐々に滴下、滴下終了後冷却をやめて加水分解物を得た。

(b) 塗料の調製

前記シラン加水分解物にn-プロピルアルコール56.0g、蒸留水24.0g、エチルセロソルブ7.5gをあらかじめn-プロピルアルコールで5%に調製したシリコーン系界面活性剤1.0gおよびアルミニウムアセチルアセトネート0.24gを添加し、充分攪拌した後、コーティング組成

物としたり、攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液21.8gを徐々に滴下する。滴下終了後冷却をやめて、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシランの加水分解物を得た。

(b) 塗料の調製

前記シラン加水分解物に、メタノール216g、ジメチルホルムアミド216g、フッ素系界面活性剤0.5g、ビスフェノールA型エポキシ樹脂（シェル化学社製、商品名エピコート827）67.5gを添加混合し、さらにコロイド状五酸化アンチモンゾル（日産化学社製、商品名アンチモンゾルA-2550、平均粒子径60nm）270g、アルミニウムアセチルアセトネート13.5gを添加し、さらに転移金属化合物としてアセチルアセトンCu（Ⅱ）1.1gを加え、充分攪拌した後、コーティング組成物とした。

(2) 透明基材レンズの作製

カセイソーダに浸漬後、洗浄した屈折率が1.50のジエチレングリコールビスアリルカーボネート重合体レンズ（直径71mm、厚み2.1mm、

CR-39プラノレンズ)を前項(b)で調製した塗料を用いて下記条件でディップコーティングした。コーティングしたレンズは110℃/12分の予備硬化を行ない、さらに110℃/4時間加熱キュアした。えられた硬化被膜の屈折率は1.58であった。キュアされたレンズは前処理として表面処理用プラズマ装置(PR501Aヤマト科学(株)製)を用い、酸素流量100ml/分、出力50Wで1分間処理を行なった。

(3) コーティング組成物の調製

(a) 加水分解物の調製

回転子を備えた反応器中にメチルトリメトキシシラン3.1g、3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシラン2.1g、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン1.1gを仕込み液温を10℃に保ち、マグネチックスターラーで攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液20gを徐々に滴下、滴下終了後冷却をやめて加水分解物を得た。

(b) 塗料の調製

前記シラン加水分解物にn-プロピルアルコール

58.2g、蒸留水250g、エチルセロソルフ7.5gをあらかじめn-プロピルアルコールで5%に調製したシリコン系界面活性剤0.8g、およびアルミニウムアセチルアセトネート0.1gを添加し、充分攪拌した後コーティング組成物とした。

(4) 反射防止レンズの作成

前記(2)によって得られたプラスチック複合体レンズに前記(3)で調製したコーティング組成物を実施例1-(3)の条件でコーティングした。

得られた反射防止レンズの性能評価は下記(5)に示す方法に従って行ない、次の通りであった。

全光線透過率(%)	96.4%
染色性(%)	40.0%
染色後の外観	○
スチールウール硬度	A

(5) 試験方法

(5)-1 染色性

分散染料(赤、青、黄の3色混合)に93℃15分間浸漬し、染色程度を全光線透過率で表わし

た。

(5)-2 染色後の外観(目視)

○:レンズ全体が均一に染色された

×:染色むらがある

(5)-2 スチールウール硬度

#0000のスチールウールで塗膜面をこすり傷つき具合を判定する。判定基準は

A:強く摩擦しても傷がつかない

B:強く摩擦すると傷がつく

C:弱い摩擦でも傷がつく

なお、比較例として前記(2)において高屈折率を有する被膜を設けず、直接(3)、(b)でのコーティング組成物を塗布した。このものは全光線透過率が95.4%と低く、さらにスチールウール硬度も不十分なものであった。

実施例3.4、比較例1

(1) 実施例2で得たプラスチック複合体レンズに実施例2、(3)における塗料でメチルトリメトキシシランと3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシランおよび γ -グリシドキシプロピルトリメ

トキシシランの比率を変えたコーティング組成物を実施例1-(3)の方法でコーティング加熱キュアして得た反射防止物品の性能結果を表1に示す。

表 1

3,3,3-トリプロ トリメトキシラン (重量部)	メチルトリメト キシラン (重量部)	ア-グリシドキシプロ ピルトリメトキシラン (重量部)	全光線 透過率 (%)	スチール ウール硬度	染色性 (%)
比較例1	15	70	95.6	B	86.7
実施例3	41	41	96.6	A	35.7
実施例4	65	0	96.1	B	15.6

【発明の効果】

本発明によって得られる反射防止物品は以下に示す特徴がある。

(1) 高い反射防止性、および均一な反射光色を付与することが出来る。

(2) 高い表面硬度を有し、耐熱性、耐衝撃性、耐久性に優れている。

(3) 染色速度が速く、染色後の外観も良好である。

(4) 表面すべり性が良好であり、実質的に傷がつきにくい。

(5) 汚れが目立ちにくく除去し易い。

特許出願人 東レ株式会社

手続補正書

昭和 年 61.9.18 日



特許庁長官 黒田 明雄 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第165531号

2. 発明の名称

反射防止性物品およびその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都中央区日本橋室町2丁目2番地

名称 (315) 東レ株式会社

代表取締役社長 伊藤 昌壽

4. 補正命令の日付 自発

5. 補正により増加する発明の数 なし

6. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7. 補正の内容

(1) 明細書 第21頁16行目

「屈折率高い」を「屈折率の高い」と補正します。

(2) 同 第22頁10行目

「作成」を「作製」と補正します。

(3) 同 第25頁2行目

「作成」を「作製」と補正します。

(4) 同 第26頁14行目

「転移金属」を「遷移金属」と補正します。

(5) 同 第28頁1行目

「250g」を「25.0g」と補正します。

(6) 同 第28頁7行目

「作成」を「作製」と補正します。

(7) 同 第29頁16行目

「比較例1」を「比較例2」と補正します。

(8) 同 第31頁18行目

「比較例1」を「比較例2」と補正します。

